

0 番地三菱化成株式会社総合研究所内

(72)発明者

田中敏彦神奈川県横浜市緑区鴨志田町 1000
番地三菱化成株式会社総合研究所内

(72)発明者

福地俊樹神奈川県横浜市緑区鴨志田町 1000
番地三菱化成株式会社総合研究所内

Research Laboratory *

(72) Inventor

Tanaka Toshihiko Kanagawa Prefecture Yokohama City
Midori-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Kasei KK Central
Research Laboratory *

(72) Inventor

Fukuchi Toshiki Kanagawa Prefecture Yokohama City
Midori-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Kasei KK Central
Research Laboratory *

Agents

(74)代理人

弁理士長谷川一外 1 名

最終頁に続く

(74) Attorney(s)

patent agent Hasegawa *1 other

Abstract

明 細 書

1. 発明の名称

N-ベンジルアミド類およびこれを有効成分と
す

る殺虫、殺ダニ剤

Ability of judge * handwriting

1.0 Title of Invention

The kind of N- benzylamido , active ingredient and this *

* insecticidal , miticide

Claims

2.

特許請求の範囲

(1)

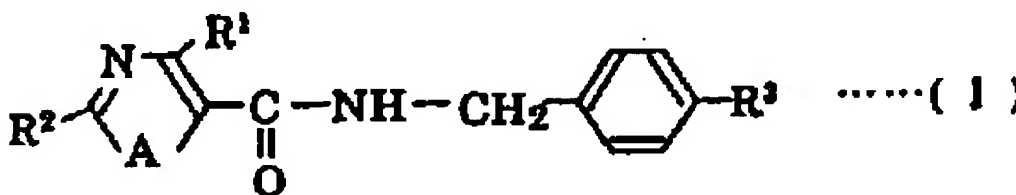
下記一般式(I)

2.0

Claims

(1)

The following statement General Formula (I)



[上記式中、A はイオウ原子または酸素原子を
示す。

R1 は水素原子、メチル基、エチル基またはトリ
フルオロメチル基を示し、R2 は水素原子、炭素
数 1~3 のアルキル基、フェニル基、炭素数 1~3
のアルコキシ基、ハロゲン原子、メルカプト基、
炭素数 1~3 のアルキルチオ基、炭素数 2~4 のア
ルコシカルボニル基、アミノ基、炭素数 1~3 の
アルキルアミノ基、または炭素数 1~3 のアシル

, [above Formula during A show oxygen atom sulfur atom .

R1 shows to show, so to be R2 hydrogen atom , methyl
group , ethyl group or trifluoromethyl group acyl amino group
of alkyl amino group , or carbon number 1~3 of alkoxy
carbonyl group , amino group , carbon number 1~3 of alkoxy
group , halogen atom , mercapto group , carbon number 1~3
of hydrogen atom , carbon number 1~3 of alkyl group ,
phenyl group , carbon number 1~3 of alkyl thio group ,

Bibliographic Fields

Document Identity

(11)特許出願公開 平 4-128275	(11) [Publication of Unexamined Application] 1992 -128275
(12) 公開特許公報(A)	(12) Unexamined Patent Publication (A)
(43)公開 平成 4 年(1992)4 月 28 日	(43) Publication Date of Unexamined Application 1992 (1992) April 28*
(19) 日本国特許庁(JP)	(19) Japan Patent Office (JP)

International Filing

Technical

(54)発明の名称 発明の名称 N-ベンジルアミド類およびこれを有効成分とする殺虫、殺ダニ剤	(54) Title of Invention THE KIND OF TITLE OF INVENTION N-BENZYLAMIDO AND INSECTICIDAL , MITICIDE WHICH DOES THIS WITH ACTIVE INGREDIENT
(51)Int.Cl.5 識別記号 庁内整理番号 Int.Cl.5 識別記号 庁内整理番号 CO7D277/569164-4C AO1N43/768930-4H 43/78A8930-4H	(51) International Class 5 identification JPO Internal Control No. 43/78A8930-4H

Filing

(21)特願 平 2-249254	(21) Patent Application 1990 -249254
(22)出願 平 2(1990)9 月 19 日	(22) Application 1990 (1990) September 19*

Foreign Priority

Parties

Applicants

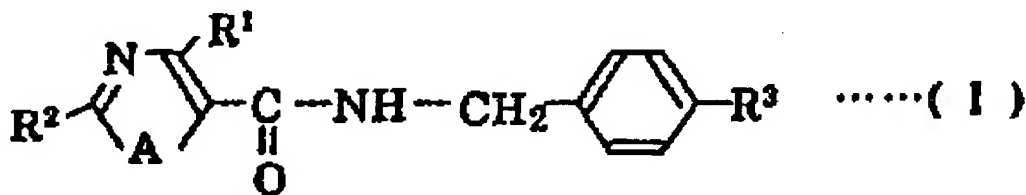
(71)出願人 三菱化成株式会社東京都千代田区丸の内 2 丁目 5 番 2 号	(71) Applicant Mitsubishi Kasei KK Tokyo Chiyoda-ku Marunouchi 2-5-2
--	---

Inventors

(72)発明者 細川明美神奈川県横浜市緑区鴨志田町 1000 番地三菱化成株式会社総合研究所内	(72) Inventor Hosokawa Akemi Kanagawa Prefecture Yokohama City Midori-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Kasei KK Central Research Laboratory *
(72)発明者 三浦由美子神奈川県横浜市緑区鴨志田町 1000 番地三菱化成株式会社総合研究所内	(72) Inventor Miura Yumiko Kanagawa Prefecture Yokohama City Midori-ku Kamoshida-cho 1000 Mitsubishi Kasei KK Central

本発明者らは、このような状況に対処すべく鋭意研究を行った結果、優れた殺虫、殺ダニ活性を有する新規なN-ベンジルアミド類を見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本発明の要旨は、下記一般式(I)[上記式中、A はイオウ原子または酸素原子を示す。



R1 は水素原子、メチル基、エチル基またはトリフルオロメチル基を示し、R2 は水素原子、炭素数 1~3 のアルキル基、フェニル基、炭素数 1~3 のアルコキシ基、ハロゲン原子、メルカプト基、炭素数 1~3 のアルキルチオ基、炭素数 2~4 のアルコキシカルボニル基、アミノ基、炭素数 1~3 のアルキルアミノ基、または炭素数 1~3 のアシルアミノ基を示す。

R3 は炭素数 1~5 のアルキル基、炭素数 2~5 のアルケニル基、炭素数 1~5 のアルコキシ基または



(式中 R4 は、水素原子、炭素数 1~5 のアルキル基、炭素数 2~5 のアルケニル基、炭素数 1~5 のアルコキシ基、トリフルオロメチル基、シアノ基、炭素数 1~3 のアルキルチオ基、炭素数 1~3 のアルキルスルフィニル基、炭素数 1~3 のアルキルスルホニル基、ニトロ基、またはハロゲン原子を表わす)を示す]で表わされる N-ベンジルアミド類およびこれを有効成分とする殺虫、殺ダニ剤に存する。

以下、本発明を詳細に説明する。

上記一般式(I)において、A はイオウ原子、酸素原子を示す。

R1 は水素原子、メチル基、エチル基、またはトリフルオロメチル基を示す。

R2 は水素原子、メチル基、エチル基、n-プロピル、イソプロピル基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルキル基、フェニル基、メキシ基、エトキシ基、n-プロポキシ基、イソプロポキシ基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルコキシ

The kind of novel N- benzylamido which possesses insecticidal , miticidal activity which should have dealt and went diligent research to that these inventors is this ** condition which result was prominent was come to find out and this invention to the completion.

gist of namely, this invention shows, following statement General Formula (I) [above Formula during A oxygen atom sulfur atom .

R1 shows to show, so to be R2 hydrogen atom , methyl group , ethyl group or trifluoromethyl group acyl amino group of alkyl amino group , or carbon number 1~3 of alkoxy carbonyl group , amino group , carbon number 1~3 of alkoxy group , halogen atom , mercapto group , carbon number 1~3 of hydrogen atom , carbon number 1~3 of alkyl group , phenyl group , carbon number 1~3 of alkyl thio group , carbon number 2~4.

R3 exists this to insecticidal , miticide which is done with active ingredient the kind of N- benzylamido which alkenyl group , carbon number 1~5 of carbon number 1~5 of alkyl group , carbon number 2~5 shows alkoxy group (to stand for alkyl sulfonyl group , nitro group , or halogen atom of alkyl sulfinyl group , carbon number 1~3 alkyl thio group , carbon number 1~3 of alkoxy group , trifluoromethyl group , cyano group , carbon number 1~3 of alkenyl group , carbon number 1~5 of alkyl group , carbon number 2~5 of Formula during R4's being hydrogen atom , carbon number 1~5) or which it stands at the] .

The following, this invention are explained in the detail.

A at above General Formula (I) shows sulfur atom , oxygen atom .

R1 shows trifluoromethyl group hydrogen atom , methyl group , ethyl group , .

R2 shows acyl amino group of straight chain or branched chain alkyl amino group , or formyl amino group , acetyl amino group , propanoyl amino group or other carbon number 1~3 of straight chain or branched chain alkoxy carbonyl group ; amino group ; methylamino group ,

アミノ基を示す。

R3 は炭素数 1~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルキル基、炭素数 2~5 のアルケニル基、炭素数 1~5 のアルコキシ基または(式中、R4 は水素原子、炭素数 1~5 のアルキル基、炭素数 2~5 のアルケニル基、炭素数 1~5 のトリフルオロメチル基、シアノ基、炭素数 1~3 のアルキルチオ基、炭素数 1~3 のアルキルスルフィニル基、炭素数 1~3 のアルキルスルホニル基、ニトロ基、またはハロゲン原子を表わす)を示す]で表わされる N-ベンジルアミド類。

(2)

請求項(1)記載の N-ベンジルアミド類を有効成分とする殺虫、殺ダニ剤。

Specification

3.発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、N-ベンジルアミド類およびこれを有効成分とする殺虫、殺ダニ剤に関する。

[従来の技術および発明が解決しようとする課題]

近年、殺虫剤および殺ダニ剤の長年の使用により、害虫に抵抗性が生じ、従来の殺虫剤および殺ダニ剤による防除が困難となっている。

例えば、代表的殺虫剤である有機リン剤やカーバメイト剤に対しては、広く抵抗性害虫の発生が問題となっており、また合成ピレスロイド系殺虫剤に対しても、抵抗性の発達が報告されている。

一方、従来より各種のカルボキサミド類が報告され、例えば西独特許 2332733 号公報には精神治療安定剤としてのチアゾールカルボキサミド類が、欧州特許 279239 号公報には抗真菌作用、殺線虫作用を有するチアゾールカルボキサミド類が、また西独特許 2320387 号公報には抗動脈硬化剤としてのカルボキサミド類が各々記載されているが、殺虫、殺ダニ活性についての報告は知られていない。

このような状況のもと、新規な殺虫、殺ダニ剤の開発が望まれている。

[課題を解決するための手段]

carbon number 2~4.

R3 is the alkoxy group kind of straight chain or branched chain alkyl group, carbon number 2~5 of carbon number 1~5 of alkenyl group, carbon number 1~5 of N- benzylamido which shows or (that, the Formula during R4 stand for alkyl sulfonyl group, nitro group, or halogen atom of alkyl sulfinyl group, carbon number 1~3 alkyl thio group, carbon number 1~3 of trifluoromethyl group, cyano group, carbon number 1~3 of alkenyl group, carbon number 1~5 of alkyl group, carbon number 2~5 of hydrogen atom, carbon number 1~5) which it stands at the].

(2)

insecticidal, miticide . which does the kind of N- benzylamido which was mentioned on Claim (1) with active ingredient

3 Detailed Description of the Invention.

[Industrial Area of Application]

That this invention is the kind of N- benzylamido , insecticidal , miticide which does this with active ingredient is concerned.

[Prior Art and Problems That This Invention Seeks to Solve]

resistance became to insect pest of the long time of recent years, insecticide and miticide by the use came out, so were conventional insecticide and the prevention at miticide difficult.

The occurrence of resistant harmful insect has become broadly problem against organic phosphorus agent which is for example representative insecticide and carbamate agent , the development of resistance against also synthetic pyrethroid system insecticide is reported.

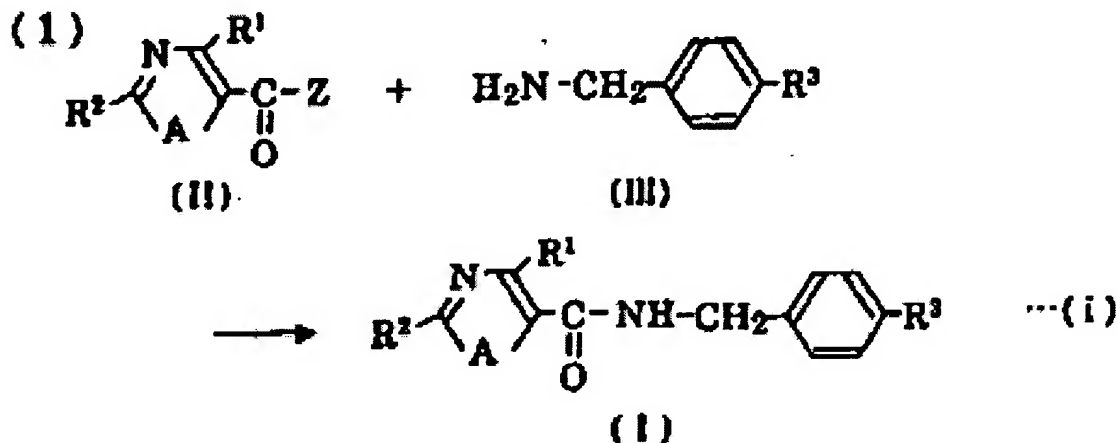
The kind of thiazole carboxamide which possesses the antimycotic action , nematocidal effect for the kind of thiazole carboxamide 's being European Patent 279239disclosure by on the other hand, making the kind of every kind of carboxamide to be reported from the past, so to be for example West German Patent 2332733disclosure with emotion treatment stabilizer the kind as a antiarteriosclerotic of carboxamide is not known again to West German Patent 2320387disclosure as the report about being mentioned but each person insecticidal , miticidal activity .

The development of the origin, novel insecticidal , miticide of this ** condition is wished.

[Means to Solve the Problems]

次に、本発明化合物の製法について説明する。

上記一般式(I)で表わされる本発明化合物は、下記反応式(i)(ii)又は(iii)に従って製造することができる。



(上記反応式中、R¹、R²、R³ および A は前記一般式(I)で定義したとおりであり、Z は塩素原子、臭素原子、ヒドロキシル基、メトキシ基、エトキシ基またはプロポキシ基を示す。

)

上記一般式(II)において、Z が塩素原子または臭素原子を示す場合には、一般式(II)で表わされる化合物と一般式(III)で表わされる化合物を、水、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類、塩化メチレン、クロロホルム、四塩化炭素、ジクロロエタン等のハロゲン化炭化水素類、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類、アセトン、メチルエチルケトン等のケトン類、酢酸メチル、酢酸エチル等のエステル類または N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン、ジメチルスルホキシド、スルホラン、アセトニトリル等の極性溶媒中、好ましくは-20~60℃、更に好ましくは 0~20℃の温度範囲で、塩基の存在下に反応させることにより、一般式(I)で表わされる化合物を得ることができる。

使用される塩基としては、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸カリウム、炭酸水素ナトリウム等の無機塩基およびピリジン、トリエチルアミン等の有機塩基が挙げられる。

It explains about production method of next, the compound of this invention .

the compound of this invention which it stands at above General Formula (I) can manufacture as the following statement reaction scheme (i) (ii) or (iii) .

, (above reaction scheme during R¹, R², R³ and A show Z at accepted which was defined propoxy group chlorine atom , bromine atom , hydroxyl group , methoxy group , ethoxy group at above-mentioned General Formula (I) .

)

compound which it stands at because of the thing which reacts compound which it stands at compound which Z at above General Formula (II) stands at General Formula (II) when it shows chlorine atom or bromine atom and one-step system (III) , water ; benzene , toluene , xylene or other aromatic hydrocarbons ; methylene chloride , chloroform , carbon tetrachloride , dichloroethane or other halogenated hydrocarbons ; diethyl ether , tetrahydrofuran , dioxane or other ethers ; acetone , methylethyl ketone or other ketones ; methyl acetate , ethylacetate or other esters or N , N-dimethylformamide , N- methyl pyrrolidone , dimethyl sulfoxide , sulfolane , acetonitrile or other polar solvent during preferably -20~60* , still more to the existence under of base of preferably 0~20* at temperature range General Formula (I) can acquire *.

sodium hydroxide , potassium hydroxide , sodium carbonate , potassium carbonate , sodium hydrogen carbonate or other inorganic base as a base which is used and pyridine , triethylamine or other organic base are nominated.

基;塩素原子、臭素原子のハロゲン原子;メルカプト基;メチルチオ基、エチルチオ基、n-プロピルチオ基、イソプロピルチオ基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルキルチオ基;メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基、n-プロポキシカルボニル基、イソプロポキシカルボニル基等の炭素数 2~4 の直鎖もしくは分岐鎖アルコキシカルボニル基;アミノ基;メチルアミノ基、エチルアミノ基、n-プロピルアミノ基、イソプロピルアミノ基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルキルアミノ基、またはホルミルアミノ基、アセチルアミノ基、プロピオニルアミノ基等の炭素数 1~3 のアシルアミノ基を示す。

R3 はメチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、t-ブチル基等の炭素数 1~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルキル基;アリル基、メタリル基、2-ブテニル基等の炭素数 2~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルケニル基;メトキシ基、エトキシ基、n-プロポキシ基、イソプロポキシ基、n-ブトキシ基、イソブトキシ基、sec-ブトキシ基、t-ブトキシ基等の炭素数 1~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルコキシ基;または(式中 R4 は、水素原子;メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソプロピル基、n-ブチル基、イソブチル基、sec-ブチル基、t-ブチル基等の炭素数 1~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルキル基;アリル基、メタリル基、2-ブテニル基等の炭素数 2~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルケニル基;メトキシ基、エトキシ基、n-プロポキシ基、イソプロポキシ基、n-ブトキシ基、イソブトキシ基、sec-ブトキシ基、t-ブトキシ基等の炭素数 1~5 の直鎖もしくは分岐鎖アルコキシ基;トリフルオロメチル基;シアノ基;メチルチオ基、エチルチオ基、n-プロピルチオ基、イソプロピルチオ基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルキルチオ基;メチルスルフィニル基、エチルスルフィニル基、n-プロピルスルフィニル基、イソプロピルスルフィニル基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルキルスルフィニル基;メチルスルホニル基、エチルスルホニル基、n-プロピルスルホニル基、イソプロピルスルホニル基等の炭素数 1~3 の直鎖もしくは分岐鎖アルキルスルホニル基;ニトロ基;または塩素原子、臭素原子等のハロゲン原子を表わす)を示し、好ましくは、炭素数 1~5 のアルキル基または



(式中 R4 は、アルキル基;トリフルオロメチル基;シアノ基;炭素数 1~3 のアルキルチオ基を表す)を示す。

ethylamino group, n-propyl amino group, isopropyl amino group or other carbon number 1~3 of halogen atom; mercapto group; methylthio group, ethyl thio group, n-propyl thio group, isopropyl thio group or other carbon number 1~3 of straight chain or branched chain alkyl group; phenyl group; methoxy group, ethoxy group, n-propoxy group, isopropoxy group or other carbon number 1~3 of hydrogen atom; methyl group, ethyl group, n-propyl, isopropyl group or other carbon number 1~3 of straight chain or branched chain alkoxy group; chlorine atom, bromine atom of straight chain or branched chain alkyl thio group; methoxycarbonyl group, ethoxy carbonyl group, n-propoxy carbonyl group, isopropoxy carbonyl group or other carbon number 2~4.

R3 stands alkyl thio group of alkyl group of showing, so being preferably, carbon number 1~5 or (Formula during R4 is alkyl group; trifluoromethyl group; cyano group; carbon number 1~3 for straight chain or branched chain alkoxy group; (to stand for straight chain or branched chain alkyl sulfonyl group; nitro group; or chlorine atom, bromine atom or other halogen atom of straight chain or branched chain alkyl sulfinyl group; methyl sulfonyl group, ethyl sulfonyl group, n-propyl sulfonyl group, isopropyl sulfonyl group or other carbon number 1~3 straight chain or branched chain alkyl thio group; methyl sulfinyl group, ethyl sulfinyl group, n-propyl sulfinyl group, isopropyl sulfinyl group or other carbon number 1~3 of straight chain or branched chain alkoxy group; Torr fluoromethyl group; cyano group; methylthio group, ethyl thio group, n-propyl thio group, isopropyl thio group or other carbon number 1~3 of straight chain or branched chain alkenyl group; methoxy group, ethoxy group, n-propoxy group, isopropoxy group, n-butoxy group, isobutoxy group, s-butoxy group, t-butoxy group or other carbon number 1~5 of straight chain or branched chain alkyl group; allyl group, methallyl group, 2-butenyl group or other carbon number 2~5 of Formula during R4's being hydrogen atom; methyl group, ethyl group, n-propyl group, isopropyl group, n-butyl group, isobutyl group, s-butyl group, t-butyl group or other carbon number 1~5) of straight chain or branched chain alkenyl group; methoxy group, ethoxy group, n-propoxy group, isopropoxy group, n-butoxy group, isobutoxy group, s-butoxy group, t-butoxy group or other carbon number 1~5 of straight chain or branched chain alkyl group; allyl group, methallyl group, 2-butenyl group or other carbon number 2~5 of methyl group, ethyl group, n-propyl group, isopropyl group, n-butyl group, isobutyl group, s-butyl group, t-butyl group or other carbon number 1~5 or.) It shows.

剤をベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類;ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類等の溶媒中、好ましくは-10~30°Cの温度範囲で反応させることにより、一般式(V)で表わされる化合物を得ることができる。

上記一般式(V)において、B がアセチル基を示す場合には、一般式(IV)で表わされる化合物と四酢酸鉛を、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類;ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類等の溶媒中、好ましくは-10~30°Cの温度範囲で反応させることにより、一般式(V)で表わされる化合物を得ることができる。

更に一般式(V)で表わされる化合物と、一般式(VI)または(VII)で表わされる化合物をベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類;ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル類;ギ酸、酢酸等極性溶媒中で、好ましくは 0~100°Cで反応させることにより一般式(I)で表わされる化合物を得ることができる。

なお、一般式(IV)で表わされる化合物は公知の方法で容易に得られる。

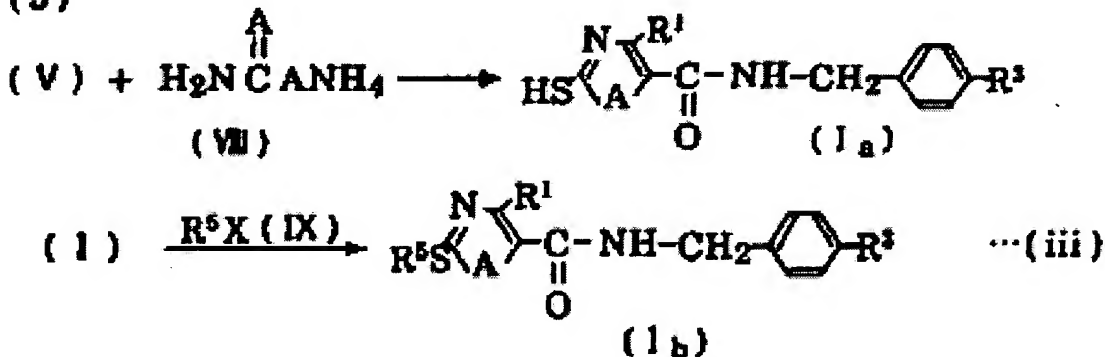
N- bromo succinimide or other halogenating agent at temperature range of, the benzene , toluene , xylene or other aromatic hydrocarbons ;diethyl ether , tetrahydrofuran , dioxane or other ethers or other solvent during preferably -10~30* General Formula (V) can acquire *.

compound which it stands at because of the thing which reacts at temperature range of, the compound which B at above General Formula (V) stands at General Formula (IV) when it shows acetyl group and lead tetraacetate benzene , toluene , xylene or other aromatic hydrocarbons ;diethyl ether , tetrahydrofuran , dioxane or other ethers or other solvent during preferably -10~30* General Formula (V) can acquire *.

compound which it stands because of the thing which reacts compound which it stands at compound which it stands still more at General Formula (V) and General Formula (VI) or (VII) at in benzene , toluene , xylene or other aromatic hydrocarbons ;diethyl ether , tetrahydrofuran , dioxane or other ethers ;formic acid , acetic acid and others polar solvent preferably 0~100* at General Formula (I) can acquire *.

Easily, so compound which it stands at furthermore, General Formula (IV) is the * to be acquired at known method .

(3)



(上記反応式中、R1 および R3 は前記一般式(I)

で定義した通りである。

A は前記一般式(I)で定義したうちイオウ原子を、R5 は炭素数 1~5 のアルキル基を、X は塩素、臭素等ハロゲン原子を示す。

, (above reaction scheme during R1 and R3 is above-mentioned General Formula (I)

It is the street which came out and was defined.

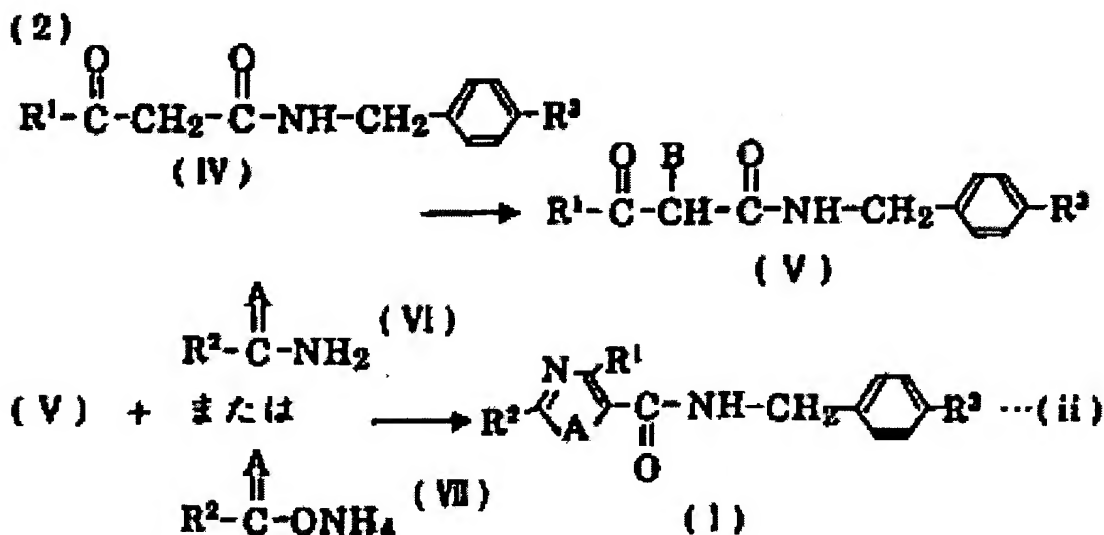
A shows sulfur atom R5 chlorine , bromine and others halogen atom as for alkyl group X of carbon number 1~5 the inside which was defined at above-mentioned General Formula (I) .

また、上記一般式(II)において、Z がヒドロキシ基、メトキシ基、エトキシ基またはプロポキシ基を示す場合には、一般式(II)で表わされる化合物と一般式(III)で表わされる化合物を、無溶媒または N,N-ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン、ジメチルスルホキシド、スルホラン等の高沸点溶媒中、好ましくは 150~250°C、更に好ましくは 200~250°C の温度範囲で反応させることにより、一般式(I)で表わされる化合物を得ることができる。

なお、上記一般式(II)及び(III)で表わされる化合物は公知の方法で容易に得られる。

, compound which it stands at compound which again, Z at above General Formula (II) stands at General Formula (II) when hydroxyl group, methoxy group, ethoxy group or propoxy group is shown and general formula (III) solventless or N, N- dimethylformamide, N- methyl pyrrolidone, dimethyl sulfoxide, sulfolane or other high boiling solvent during preferably 150~250*, still more compound which it stands at because of the thing which reacts at temperature range of preferably 200~250* General Formula (I) can acquire *.

Furthermore, easily, so compound which it stands at above General Formula (II) and (III) is the * to be acquired at known method.



(上記反応式中、A、および R3 は前記一般式(I)

で定義した通りである。

R1 は前記一般式(I)で定義したうち、メチル基またはエチル基を、R2 は前記一般式(I)で定義したうち、アルキル基、フェニル基、アルコキシカルボニル基、アミノ基、アルキルアミノ基またはアシルアミノ基を示す。

B は塩素原子、臭素原子などのハロゲン原子またはアセチル基を示す。

)

上記一般式(V)において、B がハロゲン原子を示す場合には、一般式(IV)で表わされる化合物と塩化スルフリル、塩素、臭素、N-クロロスクシンイミド、N-ブロモスクシンイミド等のハロゲン化

, (above reaction scheme during A, and R3 is above-mentioned General Formula (I)

It is the street which came out and was defined.

R1 shows the inside which was defined at above-mentioned General Formula (I), methyl group or ethyl group R2 the inside, alkyl group, phenyl group, alkoxy carbonyl group, amino group, alkyl amino group or acyl amino group which was defined at above-mentioned General Formula (I).

B shows acetyl group chlorine atom, bromine atom or other halogen atom.

)

compound which it stands at because of the thing which reacts compound which B at above General Formula (V) stands at General Formula (IV) when it shows halogen atom and sulfuryl chloride, chlorine, bromine, N- chloro succinimide,

として使用される。

製剤中の本発明化合物の含有量は、特に限定されるものではないが、通常、水和剤では好ましくは 1~90 重量%、更に好ましくは 10~80 重量%、粉剤では好ましくは 0.5~20 重量%、更に好ましくは 1~10 重量%、乳剤では好ましくは 1~90 重量%、更に好ましくは 10~50 重量%の有効成分を含有する製剤として使用される。

本発明化合物を殺虫、殺ダニ剤として使用する場合、通常、活性成分が好ましくは 1~1000ppm、更に好ましくは 5~500ppm の濃度範囲で使用する。

また、本発明化合物は、所望によっては他の殺虫剤、殺ダニ剤、農園芸用殺菌剤、植物成長調節剤等と混用または併用することも可能である。

[作用]

一般式(I)で表わされる本発明化合物は、例えば下記に示す半翅目、鱗翅目、鞘翅目、直翅目、双翅目等の昆虫およびダニに対し、著しい防除活性を有するが、勿論これらのみに限定されるものではない。

1 半翅目;セジロウンカ、トビイロウンカ、ヒメトビイロウンカ等のウンカ類ツマグロヨコバイ、オオヨコバイ等のヨコバイ類モモアカアブラムシ等のアブラムシ類

2 鱗翅目;コナガ、ハスモンヨトウ、ニカメイチュウ、コブノメイガ等

3 鞘翅目;アズキゾウムシ等

4 双翅目;イエバエ、ネッタيشマカ、アカイエカ等

5 ダニ目;ナミハダニ、ニセナミハダニ、ミカンハダニ等のハダニ類オウシマダニ、カズキダニ等のマダニ類ミナミツメダニ等のツメダニ類

[実施例]

content of the compound of this invention in formulation is not especially one which is limited. It is used preferably 1~90weight %, still more preferably 0.5~20weight %, still more at the usualness, wettable at preferably 10~80weight %, powder at preferably 1~10weight %, emulsion as a formulation which does active ingredient of preferably 10~50weight % containing preferably 1~90weight %, still more.

The usualness, active ingredient when it does the compound of this invention with insecticidal, miticide and is used are used preferably 1~1000ppm, still more at concentration range of preferably 5~500ppm.

It is possible for again, the compound of this invention to use jointly or also with other insecticide, miticide, horticultural microbicide, plant growth regulator and others blend at the wish.

[Effect]

It possesses remarkable pesticidal activity against Hemiptera, Lepidoptera, Coleoptera, Orthoptera, Diptera or other insect and mite which is shown that the compound of this invention is for example following statement which it stands at General Formula (I) but is not one that is limited of course only to these.

1 Hemiptera ;Sogatella furcifera (Horvath) (whitebacked rice planthopper), Nilaparvata lugens (Stal) (brown rice planthopper), [himetobiirounka] or other Delphacidae (delphacid planthoppers) Nephotettix cincticeps (Uhler) (green rice leafhopper), Cicadella viridis (Linnaeus) or other Deltocephalidae (leafhoppers) Myzus persicae (Sulzer) (green peach aphid) or other Aphididae (aphids)

2 Lepidoptera ;Plutella xylostella (Linnaeus) (diamondback moth, cabbage moth), Spodoptera litura (Fabricus) (tobacco cutworm), Chilo suppressalis, Cnaphalocrocis medinalis (Guenee) (rice leafroller)

3 Coleoptera ;Callosobruchus chinensis (Linnaeus) (adzuki bean weevil)

4 Diptera ;Muscidae (house flies), Aedes aegypti, Culex pipiens

Kind of kind of 5 Acarina (mites and ticks) ;Tetranychus urticae, Tetranychus telarius (Linnaeus) (two-spotted spider mite), Panonychus citri [McGregor] (citrus red mite) or other Tetranychidae (spider mite) Boophilus spp., Ornithodoros spp. or other Ixodes spp. Chelacaropsis moorei or other Cheyletidae

[Working Example]

前記(2)で得られた一般式(V)で表わされる化合物と、一般式(VIII)で表わされる化合物を、メタノール、エタノール等のアルコール類;ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類;ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル溶媒中、好ましくは 0~100°C温度範囲で反応させることにより、一般式(1a)で表わされる化合物が得られる。

更にこの化合物を、一般式(IX)で表わされる化合物と、ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素類;ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン等のエーテル溶媒中、好ましくは -10~30°Cの温度範囲で反応させることにより、一般式(1b)で表わされる化合物が得られる。

なお、一般式(VIII)で表わされる化合物は公知の方法で容易に得られる。

かくして得られる本発明化合物を、殺虫、殺ダニ剤として使用する場合には、単独で用いてもよいが、通常は一般の農薬と同様に補助剤を用いて水和剤、粉剤、乳剤等の形態に製造し、そのまま、あるいは希釈して使用する。

補助剤としては、一般の農薬の製剤に通常使用されるものが用いられる。

例えば、カオリン、ベントナイト、タルク、珪藻土、ホホワイトカーボン、デンプン等の固体担体;水アルコール類(メタノール、エタノール、プロパノール、ブタノール、エチレングリコール等)、ケトン類(アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン等)、エーテル類(ジエチルエーテル、ジオキサン、セロソルブ類等)、脂肪族炭化水素類(ケロシン、灯油等)、芳香族炭化水素類(ベンゼン、トルエン、キシレン、ソルベントナフサ、メチルナフタレン等)、ハロゲン化炭化水素(ジクロロエタン、トリクロロベンゼン、四塩化炭素等)、酸アミド類(ジメチルホルムアミド等)、エステル類(酢酸エチル、酢酸ブチル、脂肪酸グリセリンエステル類等)、ニトリル類(アセトニトリル等)等の溶媒;非イオン系界面活性剤(ポリオキシエチレンアルキルアリルエーテル、ポリオキシエチレンソルビタンモノラウレート等)、カチオン系界面活性剤(アルキルジメチルベンジルアンモニウムクロリド、アルキルピリジニウムクロリド等)、アニオン系界面活性剤(アルキルベンゼンスルホン酸塩、リグニンスルホン酸塩、高級アルコール硫酸塩等)、両性系界面活性剤(アルキルジメチルベタイン、ドデシルアミノエチルグリシン等)等の界面活性剤等が挙げられる。

これらの固体担体、溶媒、界面活性剤は、それぞれ必要に応じて1種または2種以上の混合物として使用される。

compound which it stands at because of the thing which reacts at, the compound which it stands at compound which it stands at General Formula (V) which was acquired in above-mentioned (2) and General Formula (VIII) methanol, ethanol or other alcohols; benzene, toluene, xylene or other aromatic hydrocarbons; diethyl ether, tetrahydrofuran, dioxane or other ether solvent during preferably 0~100* temperature range General Formula (1a) is * to be acquired.

compound which it stands at because of the thing which reacts at temperature range of, the compound which it stands still more at this compound General Formula (IX) and benzene, toluene, xylene or other aromatic hydrocarbons; diethyl ether, tetrahydrofuran, dioxane or other ether solvent during preferably -10~30* General Formula (1b) is * to be acquired.

Easily, so compound which it stands at furthermore, General Formula (VIII) is the * to be acquired at known method.

You may use at alone when it is used as to make suchlike and be acquired * the compound of this invention insecticidal, miticide but usualness uses auxiliary agent equally, manufactures to wettable, powder, emulsion or other form, maybe dilutes and is used as it is, with pesticide of general.

One which is used by formulation of pesticide of general usualness is used as a auxiliary agent.

or other surfactant or other solvent; nonionic surfactant (polyoxyethylene alkyl allyl ether, polyoxyethylene sorbitan monolaurate for example kaolin, bentonite (DANA 71.3.1a.1-2), talc, diatomaceous earth, white carbon, starch or other solid carrier; water alcohols (methanol, ethanol, propanol, butanol, ethyleneglycol and others), ketones (acetone, methylethyl ketone, cyclohexanone and others), ethers (diethyl ether, dioxane, cellosolves and others), aliphatic hydrocarbons (kerosine, illuminating oil and others), aromatic hydrocarbons (benzene, toluene, xylene, solvent naphtha, methyl naphthalene and others), halogenated hydrocarbon (dichloroethane, trichloro benzene, carbon tetrachloride and others), acyl amides (dimethylformamide and others), the kind of esters (ethylacetate, butyl acetate, aliphatic acid glycerin ester to be), nitriles (acetonitrile to and others) and others), cationic surfactant (alkyl dimethyl benzyl ammonium chloride, alkyl pyridinium chloride and others), anionic surfactant (alkylbenzene sulfonate, lignin sulfonate, higher alcohol sulfate and others), amphoteric surfactant (alkyl dimethyl betaine, dodecyl aminoethyl glycine and others) and others are nominated.

These solid carrier, solvent, surfactant are used respectively as a mixture of according to need one, two or more kinds.

淨し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、濃縮した。

残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:酢酸エチル/ヘキサン=1/1)で精製し、表-1 記載の化合物(No.24)0.23g を得た。

本化合物の NMR スペクトルは、以下の通りである。

¹H-NMR (δ, CDCl₃): 2.56(3H, s), 4.64(2H, d), 6.62(1H, m), 6.97-7.74(9H, m), 7.80(1H, m)

同様にして、表-1 記載の化合物 No.3~5, 7~16, 21, 23, 34 を製造した。

実施例 3

N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-2,4-ジメチル-5-オキサゾールカルボキサミドの製造 N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-アセト酢酸アミド 1.05g をベンゼン 5ml に溶かし、四酢酸鉛 1.33g を加え、1.5 時間撹拌した。

反応系に酢酸エチルを加え、不溶物を濾別し、水、続いて飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、濃縮した。

得られた残留物を酢酸 6ml に溶かし、酢酸アンモニウム 1.0g を加え、40 分間加熱還流した。

酢酸を減圧留失し、酢酸エチルで抽出し、重曹水、水、飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、濃縮した。

得られた残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:酢酸エチル/ヘキサン=2/3)で精製し、表-1 記載の化合物(No.25)0.54g を得た。

本化合物の NMR スペクトルは、以下の通りである。

¹H-NMR (δ, CDCl₃): 2.46(3H, s), 2.50(3H, s), 4.63(2H, d), 6.53(1H, s), 7.00-7.75(8H, m)

実施例 4

N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-2-メルカプト-4-メチル-5-チアゾールカルボキサミドおよび N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-2-メチルチオ-4-メチル-5-チアゾールカルボキサミドの製法 N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-2-クロロ酢酸アミド 1.54g をエタノール 10ml に溶かしたものに、アンモニウ

ethylacetate which neutralized formic acid with did vacuum distillation, so being aqueous potassium carbonate solution, after it dried.

compound (No.24) 0.23g which mentioned residue on Table 1 which is refined, at silica gel column chromatography (developing solvent :ethylacetate /hexane =1/1) was acquired.

nmr spectrum of this compound is a seemingly following and.

¹H-nmr (δ, CDCl₃): 2.56 (3H, s), 4.64 (2H, d), 6.62 (1H, m) 6.97-7.74 (9H, m), 7.80 (1H, m)

compound No.3~5, 7~16, 21, 23, 34 which was mentioned on made the same and Table 1 was manufactured.

Working Example 3

It stirred to dissolve manufacture N- (4- (4- trifluoromethyl phenoxy) benzyl) -acetoacetic acid amide 1.05g of N- (4- (4- trifluoromethyl phenoxy) benzyl) -2, 4- dimethyl -5-oxazole carboxamide in benzene 5ml, so to be lead tetraacetate 1.33g to gain, so to be 1.5 hours.

It did to add ethylacetate to reaction system, so to be insoluble matter a filtration, and was concentrated water, at anhydrous sodium sulfate which continues and is cleaned at saturated saline, after it dried.

It did to dissolve residue which was acquired in acetic acid 6ml, so to be ammonium acetate 1.0g to gain, so to be 40 minute heating and refluxing.

It was concentrated at anhydrous sodium sulfate which is cleaned at the sodium bicarbonate water, water which is extracted at doing acetic acid vacuum **, so being ethylacetate, saturated saline, after it dried.

compound (No.25) 0.54g which mentioned residue which was acquired on Table 1 which is refined, at silica gel column chromatography (developing solvent :ethylacetate /hexane =2/3) was acquired.

nmr spectrum of this compound is a seemingly following and.

¹H-nmr (δ, CDCl₃): 2.46 (3H, s), 2.50 (3H, s), 4.63 (2H, d) 6.53 (1H, s), 7.00-7.75 (8H, m)

Working Example 4

ammonium dithiocarbamate 0.48g to one which dissolved production method N- (4- (4- trifluoromethyl phenoxy) benzyl) -2- chloroacetic acid amide 1.54g of N- (4- (4- trifluoromethyl phenoxy) benzyl) -2- mercapto -4- methyl -5-thiazole carboxamide and N- (4- (4- trifluoromethyl phenoxy) benzyl) -2- methylthio -4- methyl -5-thiazole carboxamide in ethanol 10ml was done to gain and 2 hours

次に本発明化合物の製造例、製剤例および試験例によって、本発明を更に具体的に説明するが、本発明はその要旨を越えない限り、以下の例に限定されるものではない。

実施例 1

N-(4-*t*-ブチルベンジル)-4-メチル-5-チアゾールカルボキサミドの製造 *t*-ブチルベンジルアミン 0.50g およびトリエチルアミン 0.7g をトルエン 10ml に溶かし、水浴にて冷却し、攪拌下に4-メチル-5-チアゾールカルボン酸クロリド 0.48g を滴下した。

滴下終了後、室温で 1 時間攪拌を続けた後注水した。

有機層を水で洗浄し、無水硫酸マグネシウムで乾燥した。

溶媒を減圧下に留去し、残留物をシリカゲルラムクロマトグラフィー(展開溶媒:酢酸エチル/ヘキサン=2/1)にて精製し、表-1 記載の化合物(N o.1)0.60g を得た。

本化合物の NMR スペクトルは、以下の通りである。

¹H-NMR (δ, CDCl₃): 1.32(9H, s), 2.73(3H, s), 4.58(2H, s), 6.06(1H, m), 7.30(2H, d), 7.44(2H, d), 8.74(1H, s)

同様に、表-1 記載の化合物 No.2, 6, 19, 20, 22, 26, 27 を合成した。

実施例 2

N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-4-メチル-5-オキサゾールカルボキサミドの製造 N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-アセト酢酸アミド 11.7g をジエチルエーテル 120 ml に溶かし、氷浴にて冷却し、攪拌下に塩化スルフル 7.09g を滴下し、室温で 12 時間攪拌を続けた後注水した。

有機層を水、飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。

溶媒を減圧下に留去し、N-(4-(4-トリフルオロメチルフェノキシ)ベンジル)-2-クロロ-アセト酢酸アミド 12.0g を得た。

この内、1.16g とギ酸アンモニウム 2.0g をギ酸 7 ml に溶かし、10 時間加熱還流した。

ギ酸を減圧留去し、炭酸カリウム水溶液で中和した後、酢酸エチルで抽出し、飽和食塩水で洗

It is not next one this invention of the compound of this invention at Production Example, Formulation Example and Test Example which is limited to following example unless still more concrete and explain but this invention the gist over.

Working Example 1

It got cool at dissolved manufacture *t*-butyl benzylamine 0.50g and triethylamine 0.7g of N-(4-*t*-butyl benzyl)-4-methyl-5-thiazole carboxamide in toluene 10ml, so being water bath, and dript 4-methyl-5-thiazole carbonyl chloride 0.48g under the churning.

water injection was done after 1 hour churning had been continued at the end of dropping addition back, room temperature.

It dried organic layer in water at anhydrous magnesium sulfate which is cleaned.

compound (No.1) 0.60g which mentioned to make solvent a removal under vacuum, so to be residue on Table 1 which is refined at silica gel column chromatography (developing solvent: ethylacetate /hexane =2/1), was acquired.

nmr spectrum of this compound is a seemingly following and.

¹H-nmr (δ, CDCl₃): 1.32 (9H, s), 2.73 (3H, s), 4.58 (2H, s), 6.06 (1H, m), 7.30 (2H, d), 7.44 (2H, d), 8.74 (1H, s)

compound No.2, 6, 19, 20, 22, 26, 27 which was mentioned on made the same and Table 1 was done composition.

Working Example 2

It got cool at dissolved manufacture N-(4-(4-trifluoromethyl phenoxy) benzyl)-acetoacetic acid amide 11.7g of N-(4-(4-trifluoromethyl phenoxy) benzyl)-4-methyl-5-oxazole carboxamide in diethyl ether 120ml, so being ice bath, and did water injection after 12 times room churning had been continued at room temperature which drips sulfuric chloride 7.09g under the churning.

It dried organic layer at water, saturated saline at anhydrous sodium sulfate which is cleaned.

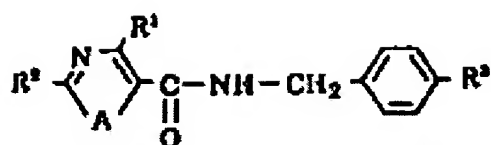
It acquired solvent to do a removal, so to be N-(4-(4-trifluoromethyl phenoxy) benzyl)-2-chloro-acetoacetic acid amide 12.0g under vacuum.

The inside of this, 1.16 g and ammonium formate 2.0g were made to dissolve, so to be 10 hours heating and refluxing formic acid 7ml.

It was concentrated at anhydrous sodium sulfate which is cleaned at saturated saline which is extracted at the back,

Table - 1

Amorphous solid



No	A	R¹	R²	R³	Property
1	S	Me	H	-C(CH₃)₃	mp 68 - 69 °C
2	S	Me	H	-O-C₆H₄-CF₃	mp 92 - 96 °C
3	S	Me	Me	-C(CH₃)₃	mp 64 - 67 °C
4	S	Me	Me	-O-C₆H₄-CF₃	mp 105 - 109 °C
5	S	Me	Me	-O-C₆H₄-SMe	mp 101 - 103 °C
6	S	H	Me	-O-C₆H₄-CF₃	mp 159 - 160 °C
7	S	Me	Et	-O-C₆H₄-CF₃	mp 100 - 103 °C
8	S	Me	Et	-O-C₆H₄-Me	n _D ^{25.0} 1.5989
9	S	Me	Et	-O-C₆H₄-CN	mp 119 - 120 °C
10	S	Me	Ph	-C(CH₃)₃	Amorphous solid
11	S	Me	Ph	-O-C₆H₄-CF₃	mp 141 - 142 °C
12	S	Me	COOEt	-C(CH₃)₃	Amorphous solid
13	S	Me	COOEt	-O-C₆H₄-CF₃	Amorphous solid

ムジチオカーバメート 0.48g を加えて、2 時間加熱還流した。

これを水に注いだ後、エーテルにて抽出し、水洗し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後濃縮した。

残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:酢酸エチル/ヘキサン=1/2)で精製し、表-1 記載の化合物(No.17)0.54g を得た。

更に、この化合物 0.42g を THF 3ml に溶かし、攪拌下にヨウ化メチル 0.5ml を滴下し、一晩攪拌した。

溶媒を減圧留表した後、残留物を酢酸エチルに溶かし、飽和食塩水で洗浄し、無水硫酸ナトリウムで乾燥後、濃縮した。

残留物をシリカゲルカラムクロマトグラフィー(展開溶媒:酢酸エチル/ヘキサン=1/3)で精製し、表-1 記載の化合物(No.18)0.23g を得た。

これらの化合物の NMR スペクトルは、以下の通りである。

化合物 No.17

$^1\text{H-NMR}(\delta, \text{CDCl}_3)=2.51(3\text{H}, \text{s}), 4.50(2\text{H}, \text{d}), 6.90-7.76(9\text{H}, \text{m})$

化合物 No.18

$^1\text{H-NMR}(\delta, \text{CDCl}_3):2.51(3\text{H}, \text{s}), 2.53(3\text{H}, \text{s}), 4.53(2\text{H}, \text{d}), 6.07(1\text{H}, \text{s}), 7.00-7.74(8\text{H}, \text{m})$

heating and refluxing .

It was concentrated at did, so being water wash which is extracted at the back, ether , anhydrous sodium sulfate which poured this on water after it dried.

compound (No.17) 0.54g which mentioned residue on Table 1 which is refined, at silica gel column chromatography (developing solvent :ethylacetate /hexane =1/2) was acquired.

It dissolved still more, this compound 0.42g in THF 3ml , and stirred methyl iodide 0.5ml overnight which is dript, under the churning.

It was concentrated at anhydrous sodium sulfate which is cleaned at dissolving the back, residue which did solvent vacuum ** in ethylacetate , so being saturated saline , after it dried.

compound (No.18) 0.23g which mentioned residue on Table 1 which is refined, at silica gel column chromatography (developing solvent :ethylacetate /hexane =1/3) was acquired.

nmr spectrum of these compound is a seemingly following and.

compound No.17

$^1\text{H-nmr}(\delta, \text{CDCl}_3)=2.51(3\text{H}, \text{s}), 4.50(2\text{H}, \text{d}), 6.90-7.76(9\text{H}, \text{m})$

compound No.18

$^1\text{H-nmr}(\delta, \text{CDCl}_3):2.51(3\text{H}, \text{s}), 2.53(3\text{H}, \text{s}), 4.53(2\text{H}, \text{d}), 6.07(1\text{H}, \text{s}), 7.00-7.74(8\text{H}, \text{m})$

「重量部」、「重量%」を意味する。

製剤例 1 水和剤

表-1 の本発明化合物 No.320 部、カープレックス #80(塩野義製薬社、商標名)20 部、クニライト 201(クニミネ工業社、商標名)55 部、高級アルコール硫酸エステル系界面活性剤ソルポール 8070(東邦化学社、商標名)5 部を配合し、均一に混合粉碎して、有効成分 20%を含有する水和剤を得た。

製剤例 2 粉剤

表-1 の本発明化合物 No.32 部、クレー(日本タルク社)92.8 部、ホワイカーボン 5 部、イソプロピルアジドホスフェート 0.2 部を配合し、均一に混合粉碎して、有効成分 2%を含有する粉剤を得た。

製剤例 3 乳剤

表-1 の本発明化合物 No.320 部を、カワカゾール(川崎化成社、商標名)32.5 部およびメチルホルムアミド 32.5 部からなる混合溶媒に溶解させ、これにポリオキシエチレン系界面活性剤ソルポール 3005X(東邦化学社、商標名)15 部を加えて、有効成分 20%を含有する乳剤を得た。

製剤例 4 フロアブル剤

表-1 の本発明化合物 No.330 部、エチレングリコール 8 部、ソルポール AC3032(東邦化学社、商標名)5 部、キサンタンガム 0.1 部を水 56.9 部によく混合分散させた。

次にこのスラリー状混合物を、ダイノミル(シンマルエンタープライゼス社)で湿式粉碎して、有効成分 30%を含有するフロアブル剤を得た。

次に本発明化合物の試験例を示す。

なお、以下に示す表 2-5 の化合物 No.は前記表-1 の化合物 No.に対応する。

試験例 1 コナガの幼虫に対する効果

製剤例 1 の処方に従って製剤された本発明化

the [that there is in following with & amp;quot;part" ,
%

Formulation Example monohydrate agent

wettable which makes to do mixing and pulverization and active ingredient 20% containing uniform which mixes the compound of this invention No.320 part, the Carplex #80 (Shionogi & Co. Ltd. (DB 69-054-0711) company of Table 1 , tradename) 20 part, [kuniraito] 201 (Kunimine Industries Co. Ltd. (DB 69-063-2427) company, tradename) 55 part, higher alcohol sulfate ester system surfactant Sorpol 8070 (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) company, tradename) 5 part , was acquired.

Formulation Example 2 powder

powder which makes to do mixing and pulverization and active ingredient 2% containing uniform which mixes the compound of this invention No.32 part, the clay (Nippon Talc Co., Ltd. (DB 69-054-0166) company of Table 1) 92.8 part , white carbon 5 part , isopropyl acid phosphate 0.2 part , was acquired.

Formulation Example 3 emulsion

It dissolved in mixed solvent which consists from the compound of this invention No.320 part [kawakazooru] (Kawasaki Kasei Chemicals Ltd. (DN 69-057-2359) company, tradename) 32.5 part of Table 1 and methyl formamide 32.5 part and acquired emulsion which makes the polyoxyethylene system surfactant Sorpol 3005X (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) company, the tradename) 15 part to gain and active ingredient 20% containing this.

Formulation Example 4 flowable

the compound of this invention No.330 part, the ethyleneglycol 8 part , Sorpol AC3032 (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) company of Table 1 , tradename) 5 part , xanthan gum 0.1 part were often made blending water 56.9 part .












flowable which does to do wet milling and active ingredient 30% containing at dynamill (Shinmaru Enterprises this slurry mixture company) was acquired next.

Test Example of the compound of this invention is shown next.

Furthermore, compound No. of Table 2 -5 which is shown a following corresponds to compound No. of above-mentioned Table 1 .

Effect of Test Example 1 Plutella xylostella (Linnaeus) (diamondback moth, cabbage moth) to larva

active ingredient concentration which is diluted with the water

No	A	R ¹	R ²	R ³	Property
14	S	Me	NHMe	-C(CH ₃) ₃	mp 195 - 196 °C
15	S	Me	NHMe	-O-  -CF ₃	mp 181 - 182 °C
16	S	Me	NH ₂	-C(CH ₃) ₃	mp 115 - 117 °C
17	S	Me	SH	-O-  -CF ₃	Amorphous solid
18	S	Me	SMe	-O-  -CF ₃	n _D ^{25.0} 1.5920
19	S	Me	Cl	-O-  -CF ₃	mp 118 - 190 °C
20	S	Me	OMe	-O-  -CF ₃	Amorphous solid
21	S	Et	Et	-O-  -CF ₃	n _D ^{25.0} 1.5614
22	S	CF ₃	Me	-O-  -CF ₃	mp 100 - 101 °C
23	O	Me	H	-C(CH ₃) ₃	mp 112 - 114 °C
24	O	Me	H	-O-  -CF ₃	Amorphous solid
25	O	Me	Me	-O-  -CF ₃	mp 121 - 122 °C
26	O	Me	Et	-O-  -CF ₃	mp 84 - 86 °C
27	O	Me	OMe	-O-  -CF ₃	mp 104 - 105 °C

In Table 1, Me represents a methyl group, Et ethyl,
Ph phenyl

次に本発明化合物の製剤例を示す。

Formulation Example of the compound of this invention is shown next.

なお、以下に「部」、「%」とあるのは、それぞれ、

Mean "parts by weight", "weight %". Furthermore, it is each,

Table - 2

Compound No.	Lethality (%)
2	100
4	100
5	100
7	100
8	100
15	100
17	100
18	100
19	100
20	100
24	100
25	100
26	100
Untreated	0

試験例 2 トビイロウンカの幼虫に対する効果

Effect of Test Example 2 Nilaparvata lugens (Stal) (brown rice planthopper) to larva

製剤例 1 の処方に従って製剤された本発明化合物を、展着剤ソルポール 3005X(東邦化学社、商標名)200ppm を含む水で希釈し、有効成分濃度が 500ppm になるように調製した。

active ingredient concentration which is diluted with the water which includes the spreading agent Sorpol 3005X (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) the compound of this invention which was done formulation as formulation of Formulation Example 1 company, tradename) 200ppm , concocted to 500 ppm as it consisted.

直径 2.5cm、高さ 18cm のガラス円筒にトビイロ

It left behind to the inside of to do above reagent solution

合物を、展着剤ソルポール 3005X(東邦化学社、商標名)200pp を含む水で希釈し、有効成分濃度が 500ppm になるように調製した。

この薬液中に、キャベツ切葉(5cm×5cm)を 1 分間浸漬した。

薬液を風乾した後、プラスチックカップ(径 7cm)に入れ、これにコナガの 3 令幼虫を 5 頭放虫し、25±1℃の恒温室内に放置した。

(2 反復)。

処理 4 日後に幼虫の生死を調査し、下式により殺虫率を算出した。

$$\text{Lethality (\%)} = \frac{\text{Number of dead insects}}{\text{No. of dead insects} + \text{No. of live insects}} \times 100$$

結果を表-2 に示す。

which includes the spreading agent Sorpol 3005X (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) the compound of this invention which was done formulation as formulation of Formulation Example 1 company, tradename) 200pp, concocted to 500 ppm as it consisted.

cabbage * leaf (5cm X 5cm) in this reagent solution was done 1 minute **.

It put in the back, * plastic cup (7 cm) which did reagent solution air dry , and left third instar larvae of Plutella xylostella (Linnaeus) (diamondback moth, cabbage moth) behind to this to the inside of to do 5 **, so to be 25 + /-1 deg. C of constant temperature chamber .

(2 repetitions) .

It calculated insect lethality by formula below which examines living and dead of larva process four days later.

Result is shown Table 2 .

Table 3

Compound No.	Lethality (%)
2	100
3	100
4	100
5	100
7	100
8	100
9	100
18	100
20	100
24	100
25	100
26	100
27	100
Untreated	0

試験例 3 アズキゾウムシの成虫に対する効果

Effect of Test Example 3 *Callosobruchus chinensis* (Linnaeus) (adzuki bean weevil) to adult

製剤例 1 の処方に従って製剤された本発明化合物を、展着剤ソルポール 3005X(東邦化学社、商標名)200ppm を含む水で希釈し、有効成分濃度が 500ppm になるように調製した。

active ingredient concentration which is diluted with the water which includes the spreading agent Sorpol 3005X (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) the compound of this invention which was done formulation as formulation of Formulation Example 1 company, tradename) 200ppm , concocted to 500 ppm as it consisted.

ウンカの幼虫 5 頭と稲苗を入れ、メッシュを貼ったキャップをがぶせ、上部から上記薬液 0.5ml を散布し、25±1℃の恒温室内に放置した。

(2 反復)。

処理5日後に円筒内の幼虫の生死を調査し、下式により殺虫率を算出した。

0.5ml dispersing , so to be 25 + / from but, cap **, upper part -1 deg. C of constant temperature chamber which stuck to put the larva 5 head of Nilaparvata lugens (Stal) (brown rice planthopper) and rice plant seedling in glass cylindrical pipe of diameter 2.5cm , height 18cm , so to be mesh .

(2 repetitions) .

It calculated insect lethality by formula below which examines living and dead of larva in cylindrical pipe process five days later.

$$\text{Lethality (\%)} = \frac{\text{Number of dead insects}}{\text{No. of dead insects} + \text{No. of live insects}} \times 100$$

結果を表-3 に示す。

Result is shown Table 3 .

試験例 4 ナミハダニの幼虫と卵に対する効果

製剤例 1 の処方に従って製剤された本発明化合物を、展着剤ソルポール 3005X(東邦化学社、商標名)200ppmを含む水で希釈し有効成分濃度が 500ppm になるように調製した。

インゲンの初生葉にナミハダニ雌成虫を 10 頭接種して、24 時間室内に放置し、産卵させた。

このナミハダニ雌成虫および卵を保持した葉を、上記薬液中に 5 秒間浸漬した後、25±1℃の恒温室内に放置した(2 反復)。

処理 5 日後に成虫の生死を調査し、下式により殺虫率を算出した。

また同時に、卵の孵化状態と孵化幼虫の生死を調査した。

卵に対する効果は、○(生存虫率 0%)、×(生存虫率 20%以上)の 3 段階のグレードで判断した。

larva of Test Example 4 Tetranychus urticae and the effect to the egg

active ingredient concentration diluted with the water which includes the spreading agent Sorpol 3005X (Toho Chemical Industry Co. Ltd. (DB 69-057-0510) the compound of this invention company, tradename) 200ppm which was done formulation as formulation of Formulation Example 1 and concocted to 500 ppm as it consisted.

egg-producing which is left behind, was made to make Tetranychus urticae female imago 10 heads inoculation primary leaf of kidney bean and 24 hours to interior .

leaf which retained this Tetranychus urticae female imago and the egg was left (2 repetitions) behind to the inside of the back, 25 which was done ** 5 second in above reagent solution + /-1 deg. C of constant temperature chamber .

It calculated insect lethality by formula below which examines living and dead of adult process five days later.

Again, living and dead of hatching state of egg and hatching larva was examined concurrently.

The effect to the egg judged at grade of 3 stages of O (surviving insect rate 0%), X (surviving insect rate 20% or more) .

$$\text{Lethality (\%)} = \frac{\text{Number of dead insects}}{\text{No. of dead insects} + \text{No. of live insects}} \times 100$$

結果を表-5 に示す。

Result is shown Table-5.

直径 2.5cm、高さ 18cm のガラス円筒にアズキノ
ウムシの成虫 5 頭とアズキ豆 2 個を入れ、メッ
シュを貼ったキャップをかぶせ、上部から上記薬
液 0.5ml を散布し、25±1℃の恒温室内に放置
した。

(2 反復)

処理 5 日後に円筒内の成虫の生死を調査し、下
式により殺虫率を算出した。

It left behind to the inside of to do above reagent solution
0.5ml dispersing , so to be 25 + / from covered with cap
which stuck to put the adult 5 head of *Callosobruchus*
chinensis (Linnaeus) (adzuki bean weevil) and *Phaseolus*
angularis L. (adzuki bean) bean 2 in glass cylindrical pipe of
diameter 2.5cm , height 18cm , so to be mesh , so were upper
part -1 deg. C of constant temperature chamber .

(2 repetitions)

It calculated insect lethality by formula below which
examines living and dead of adult in cylindrical pipe process
five days later.

$$\text{Lethality (\%)} = \frac{\text{Number of dead insects}}{\text{No. of dead insects} + \text{No. of live insects}} \times 100$$

結果を表-4 に示す。

Result is shown Table-4.

Table- 4

Compound No.	Lethality (%)
4	100
5	100
7	100
8	90
9	90
20	80
25	100
26	100
27	100
Untreated	0

代理人弁理士長谷川一

(ほか 1 名)

第 1 頁の続き

(51)Int.Cl.5 識別記号庁内整理番号

C07D263/347624-4C

263/387624-4C

263/467624-4C

263/487624-4C

Drawings

representative patent agent Hasegawa one

(other 1 person)

Continuation of first page

(51) International Class Sidentification JPO Internal Control
No.

C07D263/347624-4C

-263/387624 4 C

-263/467624 4 C

-263/487624 4 C

Table- 5

Compound No.	Lethality (%)	Lethality (%)
2	100	○
3	100	×
5	100	○
7	100	○
9	100	×
10	100	×
18	100	×
19	90	×
20	100	○
23	100	○
24	100	○
25	100	○
26	100	○
27	100	○
Untreated	0	×

[本発明の効果]

以上の試験例からも明らかなように、本発明化合物は、殺虫および殺ダニ剤として有用である。

出願人三菱化成株式会社

[Effect of this invention]

It is useful also from Test Example above as being clear seemingly, so being the compound of this invention is insecticidal and a miticide .

applicant Mitsubishi Kasei KK